

PROCESS AND APPARATUS FOR PRODUCING POLYETHYLENE TEREPHTHALATE

Patent Number: JP10316747
Publication date: 1998-12-02
Inventor(s): NAKAMOTO HIDEKAZU; HARADA SUSUMU; SASE YASUNARI; SUZUKI MICHIO; ODA CHIKAO
Applicant(s):: HITACHI LTD
Requested Patent: ☐ JP10316747
Application Number: JP19970128267 19970519
Priority Number (s):
IPC Classification: C08G63/78
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To continuously produce a high-quality polyester with the least amt. of energy and with a combination of the min. number of necessary reactors by carrying out the steps of esterification, prepolymerization, and final polymerization, each in one reactor, and by confining the use of a reactor requiring stirring power to the step of final polymerization only.

SOLUTION: A polyester is continuously produced with an apparatus comprising the first reactor 3 for reacting an aromatic dicarboxylic acid or its derivative with a glycol compound to give an oligo- or polyester having an average degree of polymerization of 3-7; the second reactor 7 for subjecting the reaction product obtained at the first reactor 3 to polycondensation to give a low polymer having an average degree of polymerization of 20-40; and the third reactor 11 for subjecting the low polymer supplied from the second reactor 7 to further polycondensation to give a high-molecular-weight polyester having an average degree of polymerization of 90-180. At least one of the first reactor 3 and the second reactor 7 is not equipped with a stirring function operated by an external power source. The number of revolutions of a stirring blade in the third reactor 11 is set to in the range of 0.5-10 rpm.



Data supplied from the esp@cenet database - I2

TOP

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-316747

(43) 公開日 平成10年(1998)12月2日

(51) IntCl.⁹
C 0 8 G 63/78

識別記号

F I
C 0 8 G 63/78

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平9-128267

(22) 出願日 平成9年(1997)5月19日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 中元 英和

山口県下松市大字東豊井794番地 株式会

社日立製作所笠戸工場内

(72) 発明者 原田 進

山口県下松市大字東豊井794番地 株式会

社日立製作所笠戸工場内

(72) 発明者 佐世 康成

山口県下松市大字東豊井794番地 株式会

社日立製作所笠戸工場内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリエチレンテレフタレートの製造方法及び製造装置

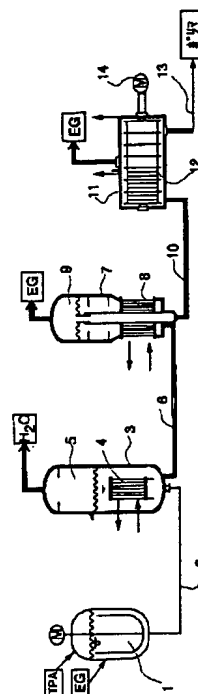
(57) 【要約】

【課題】本発明の反応に必要な反応器を最少限とし、反応に必要な攪拌消費動力を最少とするポリエチレンテレフタレートの連続製造方法を得ることである。

【解決手段】ポリエステル製造装置として、エステル化反応器、初期重合反応器、最終重合反応器の3缶とし、エステル化反応器と初期重合反応器には外部攪拌動力源を持たない反応器とし、最終重合反応器は横形一軸式の低速回転型の反応器とすることにより達成される。

【効果】必要最小限の反応器構成により、最少のエネルギーコストで品質の良いポリエステル重合物を効率良く生産することができる。

図1



【特許請求の範囲】

【請求項1】芳香族ジカルボン酸またはその誘導体とグリコール類とを反応させて、平均重合度3から7以下のオリゴエステルまたはポリエステルを製造する第1反応器、該成生物を重縮合させて、平均重合度20から40の低重合物を製造する第2反応器、該低重合物をさらに重縮合させ、平均重合度90から180まで重縮合させ高分子量ポリエステルを製造する第3反応器とを用いてポリエステルを製造する方法において、第1反応器と第2反応器のうち少なくとも一つ以上の反応器は外部動力源による攪拌機能を持たない反応器であることを特徴とするポリエステルの連続製造方法。

【請求項2】請求項1記載の第3反応器において、反応器は横形の円筒状容器本体長手方向の一端下部及び他端下部にそれぞれ被処理液の入口及び出口を有し、本体の上部に揮発物の出口を持ち、本体内部の長手方向に本体の内側に近接して回転する攪拌ロータを設けた装置とし、本体内部の攪拌ロータが処理液の粘度に応じて複数個の攪拌翼ブロックで構成され、攪拌ロータの中心部に回転シャフトを持たない攪拌翼をもった反応器であることを特徴とするポリエステルの連続製造方法。

【請求項3】芳香族ジカルボン酸またはその誘導体とグリコール類とを反応させて、平均重合度3から7以下のオリゴエステルまたはポリエステルを製造する第1反応器、該成生物を重縮合させて、平均重合度20から40の低重合物を製造する第2反応器、該低重合物をさらに重縮合させ、平均重合度90から180まで重縮合させ高分子量ポリエステルを製造する第3反応器とを用いてポリエステルを製造する方法において、第3反応器は横形の円筒状容器本体長手方向の一端下部及び他端下部にそれぞれ被処理液の入口及び出口を有し、本体の上部に揮発物の出口を持ち、本体内部の長手方向に本体の内側に近接して回転する攪拌ロータを設けた装置とし、本体内部の攪拌ロータが処理液の粘度に応じて複数個の攪拌翼ブロックで構成され、攪拌ロータの中心部に回転シャフトを持たない攪拌翼をもった反応器であることを特徴とするポリエステルの連続製造方法。

【請求項4】請求項1、2または3記載のポリエステルの連続製造方法において、原料である芳香族ジカルボン酸またはその誘導体とグリコール類とのモル比が1:

1.05~1:2.0の範囲で供給し、第1反応器の温度は240度~285度、圧力は大気圧から 3×10^5 Pa、第2反応器の温度は250度~290度、圧力は大気圧から133 Pa、第3反応器の温度は270度~290度、圧力は200から13.3 Paの範囲で運転することを特徴とするポリエステルの連続製造方法。

【請求項5】請求項1、2または3記載のポリエステルの連続製造方法において、第3反応器の攪拌翼の回転数範囲を0.5rpmから10rpmとすることを特徴とするポリエステルの連続製造方法。

【請求項6】請求項1、2または3記載のポリエステルの連続製造方法において、第1反応器、第2反応器、第3反応器の合計反応時間が4から8時間の間で運転することを特徴とするポリエステルの連続製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル系高分子の連続製造方法および装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、ポリエチレンテレフタレート等の重縮合系高分子の製造方法としては原料としてテレフタル酸とエチレングリコールをエステル化のために適当な割合で混合槽に入れ、ポンプによりエステル化反応槽へ送る。このエステル化工程は攪拌翼付きの攪拌槽を2から3個直列に配置し、副反応物として水蒸気を蒸留塔で分離する。次に前重合工程として立形攪拌槽や横形の攪拌槽が複数台設置されさらに最終重合工程として横形の攪拌槽が設置されている。これらの重合工程の槽には副反応物として出るエチレングリコールを除去するためにコンデンサーが設置され、減圧雰囲気運転される。従来のポリエステル製造工程では反応槽の数が4から6缶あり、それぞれの反応槽には攪拌翼とその動力源が装備され、また副反応物を分離除去するための蒸留塔やコンデンサーが設置されている。さらに重合工程は減圧雰囲気運転されるために真空手段はべつの装置によって操作しなければならず、製造装置の運転には高額の維持費と装置経費を必要としている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明の問題は高分子量ポリエステルの生産のための公知の方法を改善したものであり、装置全体の効率を向上し、工場設備のエネルギー節約により経済的に操作するものである。

【0004】本発明の目的は、上記従来技術を改善し、必要最小限の反応器構成により、最少のエネルギーで品質の良い重合物を効率良く反応させる連続重縮合装置及び連続重縮合方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的は、エステル化工程、前重合工程、最終重合工程をそれぞれ一槽とし、攪拌動力を必要とする槽は最終重合工程のみとすることによって達成される。

【0006】

【発明の実施の形態】図1に本発明の一実施例を示す。図1は本発明をポリエチレンテレフタレートの連続製造プロセスの装置構成図である。工業的なポリエステルの製造方法として、直接エステル化法が、経済的に非常に有利であるので、最近では直接エステル化方法が多く採用されている。図において1はポリエチレンテレフタレ

ートの原料であるTPA（テレフタル酸）とEG（エチレングリコール）を所定の割合で混合、攪拌する原料調整槽である。製造プロセスの中にはこの段階で重合反応触媒や安定剤、色調調整剤などの添加物を加える場合がある。重合反応触媒としてはアンチモン、チタン、ゲルマニウム、錫、亜鉛、等の金属化合物があげられ、使用する触媒の種類や組み合わせにより、反応速度が異なるだけでなく、生成するポリエステルの色相及び熱安定性が異なることが良く知られている。さらにこれらの反応は触媒の存在化で高温で長時間行われるために種々の副反応に伴い、重合物が黄色に着色したり、ジエチレングリコール（DEG）の含有量や末端カルボキシル基濃度が適正值以上に増加して、ポリエステルの融点及び強度の低下などの物理的性質が低下したりする。このような問題点を改良するために新しい触媒の開発が試みられているが、現在最も多く工業的に使用されているアンチモン化合物、特に三酸価アンチモンが価格や性能面で優れている。しかし、この触媒を用いても生成したポリエステル重合物の着色は避けられない。このために安定剤として燐系安定剤（例えばトリメチルホスフェート、トリフェニルホスフェート）を併用して改善している。また、別の製造プロセスにおいては重合触媒や安定剤の投入位置を工夫して品質を安定させている。通常のプロセスでは触媒の量は200から400ppmを安定剤の量は50から200ppmを用いるのが好ましい。以上のように調整された原料はエステル化反応槽3へ原料を供給する供給ライン2を経由して行く。エステル化反応槽（第1反応器）3の外周部には処理液を反応温度に保つためにジャケット構造（図示せず）になっており液の内部には液の加熱手段として多缶式熱交換機4が設置され外部からの熱源により処理液を加熱し、自然循環により内部の液を循環しながら反応を進行させる。ここで最も望ましい反応器の型はエステル化反応を自己の反応により生成する副反応物の蒸発作用を利用して反応器内の処理液を自然循環させるカランドリア型が望ましい。この形の反応器は外部の攪拌動力源を必要としないため装置構成が単純でしかも攪拌軸の軸封装置も不要となり反応器の制作コストが安価となる利点がある。このような反応器の一例として特願平8-249769に示す様な装置が望ましい。しかし、本発明においてこの装置を限定するものではなくプロセス上の理由から攪拌翼を持った反応器を使用しても差し支えない。第1反応器において、反応により生成する水は水蒸気となり、気化したEG蒸気と気相部5を形成する。このときの推奨すべき反応条件としては温度は240度から280度で加圧条件が望ましい。気相部5のガスはその上流側に設けられた精留塔（図示せず）により水とEGとに分離され、水は系外に除去され、EGは再び系内に戻される。本発明の利点としてエステル化工程を一つの反応器で処理することにより精留塔の数を一つにすることが可能となり、精

留塔の制作経費だけでなく配管やバルブの数制御装置の数などを削減でき大幅な装置コストの低減となる。エステル化反応槽3で所定の反応時間経過した処理液は所定のエステル化率に到達し、連絡管6により初期重合槽（第2反応器）7に供給される。このとき処理液は熱交換器8により所定の反応温度に加熱され重縮合反応を行い重合度を上昇させる。このときの反応条件としては270度から290度で圧力は266Paから133Paで重合度20から40程度まで反応させる。本実施例で示した初期重合槽は攪拌翼を持たない反応器を用いて説明しているがこの反応器を限定するものではない。しかし、初期重合段階においては反応は重合反応速度が反応の速度の律束となっている段階であり反応に必要な熱量を十分に供給すれば反応は順調に進行していく。この観点から処理液は攪拌翼で不必要な攪拌作用を受ける必要はなく重縮合反応によって生成するEGが系外に離脱するだけでよい。このような操作に最適な反応器としては特願平8-233855に示す様な装置が望ましい。反応により発生するEGは減圧雰囲気中に保たれた気相部9で気化し、その上流側に設けられたコンデンサーで凝縮した後に系外へ排出される。本発明の利点として初期重合工程を一つの反応器で処理することによりコンデンサーの数を一つにすることが可能となり、コンデンサーの制作経費だけでなく配管やバルブの数制御装置の数などを削減でき大幅な装置コストの低減となる。初期重合槽（第2反応器）7で所定の反応時間を経過した処理液は連絡管10により最終重合機（第3反応器）11に供給される。最終重合機では中心部に攪拌軸の無い攪拌翼12により良好な表面更新作用を受けながらさらに重縮合反応を進め重合度を上昇させ目的の重合度のポリマーを製造する。最終重合機（第3反応器）として最適な装置としては日本国出願特許、特願平8-233857に記載の装置が表面更新性能、消費動力特性が最も優れている。また、処理液の粘度範囲が広いので従来、2槽に分割したりして処理していたものを一台の装置で可能となり大幅な装置コストの低減となる。

【0007】以上の装置構成においてポリエチレンテレフタレートを製造すると従来の装置構成と比較して、反応器の数が減少しているために装置の経費が節約出来るのと装置数の減少に伴い装置に付随する蒸留塔やコンデンサーを減少させ、それらを連結する配管や計装部品やバルブ類を大幅に節約できると共に真空源や熱媒装置等のユーティリティ関係費が大幅に低下するのでランニングコストが安くなる利点がある。

【0008】

【発明の効果】本発明によれば、ポリエステルの連続製造設備をエステル化工程、前重合工程、最終重合工程の3つの反応器とすることにより、装置全体の効率を向上し、工場設備のエネルギー節約により経済的に操作するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例を示すポリエチレンテレフタレート連続製造プロセスの装置構成図である。

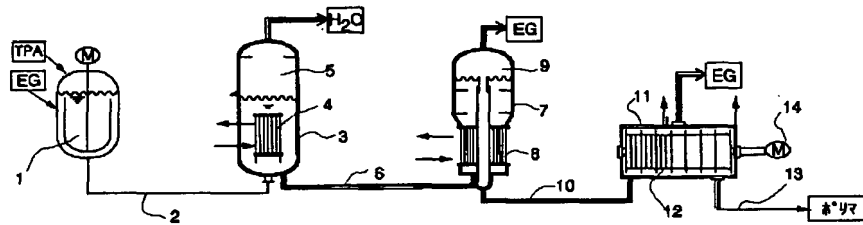
【符号の説明】

1…原料調整槽、2…原料供給ライン、3…エステル化

反応槽、4…熱交換器、5…気相部、6…連絡管、7…初期重合槽、8…熱交換器、9…気相部、10…連絡管、11…最終重合機、12…攪拌翼、13…ポリマー、14…攪拌動力源。

【図1】

図1



フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 宙夫
山口県下松市大字東豊井794番地 株式会
社日立製作所笠戸工場内

(72)発明者 小田 親生
山口県下松市大字東豊井794番地 株式会
社日立製作所笠戸工場内